

DE 1122540 (Machine Translation)

Claims of DE1122540 _____ CLEVER CLAIMS: 1. Procedure to the production of pure N-Methyltaurin from engineering solutions of his Well triumphs, in particular from the solutions which come from the conversion of the sodium salt of the 2-Hydroxy-äthansulfonsäure with Monomethylamin, thereby marked that one falls out from

Description of DE1122540 _____ procedures to the production of pure N-Methyltaurin with the production of N-Methyltaurin by Around setzung from watery solutions of the sodium salt of the 2-Hydroxyäthansulfonsäure with Monomethylamin at raised temperatures and pressure, given if in present of free Alkalien as a Katalysator, result on carrying off überschüssigen Mono one methylamins solutions, they except sodium salt of the N-Methyltaurins still the N-Methylditaurin (= N-Methyl-bis-(2-sulfoäthyl)-amin) in form his 300/, N-Methyltaurin as a sodium salt beside the Verunreinigung marked on top to containing raw solutions N-Methyltaurin in good yield and high cleanness in form his internal salt can win, if one falls out from these raw solutions the biggest part of the Natriumionen by treatment with carbon dioxide as a Natriumhydrogencarbonat and evaporates after separation of the latter the filtrate up to beginning crystal grain education. Besides, the evaporation happens zweck moderately with such a low pressure that with best of all ginnender crystallization the temperature that reaches a steam-good 55 to 60°C.

To the achievement of a good yield in N-methyltaurin, covered to the used raw solution, fiehlt it to itself to submit a bigger part with the filtration of the crystallized N-Methyltaurins routine mother's lye together with fresh raw solution of the erfindungsgemässen treatment to the separation of the Natriumionen. The interest in mother lauge which is led back in the process is directed after the salary of the raw Natrium-N-methyl-taurinatlösung at N-Methylditaurin and/or the sodium salt of the 2-Hydroxyäthansulfonsäure. In share will calculate suitably so that the education of well filterable crystals of N-Methyltaurin yet clearly by the presence on top ge accompanying substances did not mark is impaired. The preferential interest of the led back lye carries best of all generally about 40 to 80/o, covered to the weight of the routine mother's lye. By suitable dosage of the mother's lye returned in the process a yield from 70 to 80/o can be reached from usual about 90 Äquivalentprozent N-Methyltaurin beside 10 Äquivalent prozent N-Methylditaurin to containing raw solutions, covered to the N-Methyltaurin fed with the raw solution.

At the same time the relation of the connections accompanying the N-Methyltaurin with the N-Methyltaurin coexhausted thereby rises in the mother's lye exhausted from the process very strongly. — this therefore in N-Methylditaurin and given if to the sodium salt of the 2-Hydroxyäthansulfonsäure very enriched mother's lye is moved suitably for herself or proportionately with fresh solution of the sodium salzes of the 2-Hydroxyäthansulfonsäure again with überschüssigem Monomethylamin. On this occasion, the N-Methylditaurin becomes up to setting of the reaction balance in N-Methyltaurin verwan delt, or. it is caused that from the same reason a higher turnover of the sodium salt of the 2-Hydroxy-äthansulfonsäure is achieved to N-Methyltaurin. Not only the N-Methyltaurin contained still in it is won back by this return from on top beschriebe nen process to separated shares of the mother's lye in the process of the synthesis of the N-Methyltaurin, but also the whole yield of the procedure is other-improved. A typical working method of the new invention is described in the following example. However, in particular the relation mentioned there by no means is between the shares in the process zurückgespeisten and the separated mother's lye bindingly. Thus it is more favorable, e.g., in stronger contaminated raw solutions, the interest in separated lye to him höhen. Through this becomes, avoided as protrudingly demonstrated, a disturbance of the crystallization of the N-Methyltaurins and this in higher cleanness, won, indeed, at the expenses of lessened yield. Example 1000 parts of an engineering Natrium-N-Methyl-aurinat-Lösung of the composition 34.68/o N-Methyltaurin-Natriumsalz (according to 29.95/o N Me thyltaurin), 3.3/o N Methylditaurin Dinatriumsalz (according to 2.80/o N-Methylditaurin), 0.88/o Well triumsulfat, 0,040/, Natriumsulfit, 0,440/, sodium hydroxyd and about 60.4/a waters are fed under a pressure of 2.5 atü with carbon dioxide. On this occasion, are taken under initial rising of the temperature on 38 to 40 C about 115 parts carbon dioxide on. Against end it is cooled on 20'C and then the produced Natriumhydrogen-carbonat is separated by means of sieve catapult. After the spin-drier it is postwashed with 30 weight parts düstern water with running catapult. About 150 parts Natriumbicarbonat (Trok-kensubstanz) are won thus. The filtrate is evaporated with moderate low pressure under distance to from 350 to 400 parts water with 60 to 80 C and then leave to the crystallization. With 20'C become the colorless crystals abgeschleudert. From to falling filtrate 350 parts which are used to the next beginning are separated. After the spin-drier it is washed with 30 parts finely to sprayed water with running catapult. From running washing liquid is combined with the separated mother's lye. About 90 parts colorless N-Methyltaurin are received.

In the following beginning 650 parts fresh raw lauge with 350 parts mother's lye are mixed by the preceding N Methyltaurin crystallization and, are moved as protrudingly described, and are worked on. On this occasion, the consumption of carbon dioxide and the yield decreases in Natriumhydrogen-carbonat, while the yield rises in N-Methyltaurin. ____ the following attempts are carried out, as protrudingly wrote best of all, in each case under back supply by 350 parts of the mother's lye of the preceding crystallization. On this occasion, warms up possibly from the fifth beginning a balance which is characterized by the following figures. ____ EMI0002.0052 ____ consumption (of 70,5 to 80 weight parts ____ yield (in 115 weight parts ____ evaporated water 340 weight parts ____ yield (in 155 weight parts ____ (79.6 /o, covered ____ (to (of the separated mother's lye ____ einschliesslich Waschwasser 170 weight parts the occurrences become by means of the assembly-line picture deutlicht. ____ the separated mother's lye watered with the washing solution contains possibly 23.30/, N-Methyltaurin and 10.70/, N-Methylditaurin beside the inorganic one Because she has become impoverished with 3.2 "/, (against methyl orange titrier cash) sodium hydroxide too strongly in alkali, it is brought suitably before her back supply in the N-Methyltaurinsynthese by boiling away with 9.0/o of her weight in Natriumhydrogencarbonat on a being enough Alkalität. ____ the relation of N-Methyltaurin to N methyl ditaurin in the source solution amounts in Äquivalenten about 9: 1 and in the separated mother's lye about 1.9 to 1.95: 1.



AUSLEGESCHRIFT 1 122 540

F 31416 IVb/12q

ANMELDETAG: 9. JUNI 1960

BEKANNTMACHUNG

DER ANMELDUNG

UND AUSGABE DER

AUSLEGESCHRIFT: 25. JANUAR 1962

1

Bei der Herstellung von N-Methyltaurin durch Umsetzung von wäßrigen Lösungen des Natriumsalzes der 2-Hydroxyäthansulfonsäure mit Monomethylamin bei erhöhten Temperaturen und Drücken, gegebenenfalls in Gegenwart von freien Alkalien als Katalysatoren, fallen nach Abtreiben des überschüssigen Monomethylamins Lösungen an, die außer dem Natriumsalz des N-Methyltaurins noch das N-Methylditaurin (= N-Methyl-bis-(2-sulfoäthyl)-amin) in Form seines Dinatriumsalzes, anorganische Salze, die aus dem technischen Natriumsalz der 2-Hydroxyäthansulfonsäure stammen, wie Natriumsulfat und Natriumsulfit, überschüssiges Natriumhydroxyd und gegebenenfalls nicht umgesetztes Natriumsalz der 2-Hydroxyäthansulfonsäure enthalten. Da die genannten Natriumverbindungen sich durch eine ähnliche hohe Löslichkeit in Wasser auszeichnen, ist eine Trennung und damit Reindarstellung des N-Methyltaurins als Natriumsalz durch fraktionierte Kristallisation nicht möglich.

Es wurde nun gefunden, daß man aus den technisch anfallenden, etwa 30%, N-Methyltaurin als Natriumsalz neben den oben gekennzeichneten Verunreinigungen enthaltenden Rohlösungen N-Methyltaurin in guter Ausbeute und höher Reinheit in Form seines inneren Salzes gewinnen kann, wenn man aus diesen Rohlösungen den größten Teil der Natriumionen durch Behandlung mit Kohlendioxyd als Natriumhydrogencarbonat ausfällt und nach Abtrennung des letzteren das Filtrat bis zur beginnenden Kristallkornbildung eindampft. Die Eindampfung geschieht dabei zweckmäßig bei einem solchen Unterdruck, daß bei beginnender Kristallisation die Temperatur des Eindampfguts 55 bis 60°C erreicht.

Zur Erzielung einer guten Ausbeute an N-Methyltaurin, bezogen auf die eingesetzte Rohlösung, empfiehlt es sich, einen größeren Teil der bei der Filtration des auskristallisierten N-Methyltaurins anfallenden Mutterlauge zusammen mit frischer Rohlösung der erfindungsgemäßen Behandlung zur Abtrennung der Natriumionen zu unterziehen. Der Anteil an Mutterlauge, der in den Prozeß zurückgeführt wird, richtet sich nach dem Gehalt der rohen Natrium-N-methyltaurinatlösung an N-Methylditaurin und/oder dem Natriumsalz der 2-Hydroxyäthansulfonsäure. Der Anteil wird zweckmäßig so bemessen, daß die Ausbildung gut filtrierbarer Kristalle von N-Methyltaurin noch nicht deutlich durch die Anwesenheit der oben gekennzeichneten Begleitsubstanzen beeinträchtigt wird. Der bevorzugte Anteil der zurückgeführten Lauge beträgt im allgemeinen etwa 40 bis 80%, bezogen auf das Gewicht der anfallenden Mutterlauge. Durch ge-

Verfahren zur Herstellung
von reinem N-Methyltaurin

Anmelder:

Farbwerke Hoechst Aktiengesellschaft
vormals Meister Lucius & Brüning,
Frankfurt/M., Brüningstr. 45

Dr. Eberhard Elbel, Frankfurt/M.-Höchst,
Dr. Herbert Kaltenhäuser, Frankfurt/M.-Süd,
und Dr. Herwig Beck, Frankfurt/M.-Höchst,
sind als Erfinder genannt worden

2

eignete Dosierung der in den Prozeß zurückgegebenen Mutterlauge läßt sich aus den üblichen etwa 90 Äquivalentprozent N-Methyltaurin neben 10 Äquivalentprozent N-Methylditaurin enthaltenden Rohlösungen eine Ausbeute von 70 bis 80%, bezogen auf das mit der Rohlösung eingespeiste N-Methyltaurin, erreichen. Gleichzeitig steigt in der aus dem Prozeß abgeführten Mutterlauge das Verhältnis der das N-Methyltaurin begleitenden Verbindungen zu dem dadurch mitabgeführten N-Methyltaurin sehr stark an.

Diese somit an N-Methylditaurin und gegebenenfalls dem Natriumsalz der 2-Hydroxyäthansulfonsäure stark angereicherte Mutterlauge wird zweckmäßig für sich oder anteilig mit frischer Lösung des Natriumsalzes der 2-Hydroxyäthansulfonsäure nochmals mit überschüssigem Monomethylamin umgesetzt. Hierbei wird das N-Methylditaurin bis zur Einstellung des Reaktionsgleichgewichts in N-Methyltaurin verwandelt, bzw. es wird bewirkt, daß aus dem gleichen Grund ein höherer Umsatz des Natriumsalzes der 2-Hydroxyäthansulfonsäure zu N-Methyltaurin erzielt wird. Durch diese Rückführung der aus dem oben beschriebenen Prozeß abgetrennten Anteile der Mutterlauge in den Prozeß der Synthese des N-Methyltaurin wird also nicht nur das darin noch enthaltene N-Methyltaurin zurückgewonnen, sondern auch die Gesamtausbeute des Verfahrens weiterverbessert.

Ein typisches Arbeitsverfahren der neuen Erfindung wird im nachfolgenden Beispiel beschrieben. Jedoch ist insbesondere das dort erwähnte Verhältnis zwischen den Anteilen der in den Prozeß zurückgespeisten und der abgetrennten Mutterlauge keineswegs bindend. So ist es z. B. bei stärker verunreinigten Rohlösungen günstiger, den Anteil an abgetrennter Lauge zu erhöhen. Hierdurch wird, wie vorstehend dargelegt, eine Störung der Kristallisation des N-Methyltaurins vermieden und dieses in höherer Reinheit, allerdings auf Kosten verminderter Ausbeute gewonnen.

Beispiel

1000 Teile einer technischen Natrium-N-Methyltaurin-Lösung der Zusammensetzung 34,68% N-Methyltaurin-Natriumsalz (entsprechend 29,95% N-Methyltaurin), 3,3% N-Methylditaurin-Dinatriumsalz (entsprechend 2,80% N-Methylditaurin), 0,88% Natriumsulfat, 0,04% Natriumsulfit, 0,44% Natriumhydroxyd und etwa 60,4% Wasser werden unter einem Druck von 2,5 atü mit Kohlendioxyd gesättigt. Hierbei werden unter anfänglichem Ansteigen der Temperatur auf 38 bis 40°C etwa 115 Teile Kohlendioxyd aufgenommen. Gegen Schluß wird auf +20°C abgekühlt und dann das abgeschiedene Natriumhydrogencarbonat mittels Siebschleuder abgetrennt. Nach dem Trockenschleudern wird mit 30 Gewichtsteilen verdünntem Wasser bei laufender Schleuder nachgewaschen. Es werden so etwa 150 Teile Natriumbicarbonat (Trockensubstanz) gewonnen. Das Filtrat wird bei mäßigem Unterdruck unter Entfernung von 350 bis 400 Teilen Wasser bei 60 bis 80°C eingedampft und dann der Kristallisation überlassen. Bei +20°C werden die farblosen Kristalle abgeschleudert. Von dem anfallenden Filtrat werden 350 Teile abgetrennt, die zum darauffolgenden Ansatz verwendet werden. Nach dem Trockenschleudern wird mit 30 Teilen fein versprühtem Wasser bei laufender Schleuder gewaschen. Die ablaufende Waschflüssigkeit wird mit der abgetrennten Mutterlauge vereinigt. Erhalten werden etwa 90 Teile farbloses N-Methyltaurin.

Im folgenden Ansatz werden 650 Teile frische Rohlauge mit 350 Teilen Mutterlauge von der vorhergehenden N-Methyltaurin-Kristallisation vermischt und, wie vorstehend beschrieben, umgesetzt und aufgearbeitet. Hierbei verringert sich der Verbrauch an Kohlendioxyd und die Ausbeute an Natriumhydrogencarbonat, während die Ausbeute an N-Methyltaurin ansteigt.

Die folgenden Ansätze werden, wie vorstehend beschrieben, jeweils unter Rückspeisung von 350 Teilen der Mutterlauge von der vorhergehenden Kristallisation durchgeführt. Hierbei spielt sich etwa vom fünften Ansatz ein Gleichgewicht ein, das durch folgende Zahlen charakterisiert ist.

Verbrauch an Kohlendioxyd	70,5 bis 80 Gewichtsteile
Ausbeute an Natriumhydrogencarbonat	115 Gewichtsteile
Verdampftes Wasser	340 Gewichtsteile
Ausbeute an N-Methyltaurin	155 Gewichtsteile
	(79,6% bezogen auf den Gehalt der Frischlauge)

Abgetrennte Mutterlauge einschließlich Waschwasser 170 Gewichtsteile

Die Vorgänge werden mittels des Fließbildes verdeutlicht.

Die abgetrennte, mit der Waschlösung verdünnte Mutterlauge enthält etwa 23,3% N-Methyltaurin und 10,7% N-Methylditaurin neben den anorganischen Salzen. Da sie mit 3,2% (gegen Methylorange titrierbarem) Natriumhydroxyd zu stark an Alkali verarmt ist, wird sie zweckmäßig vor ihrer Rückspeisung in die N-Methyltaurinsynthese durch Verkochen mit 9,0% ihres Gewichts an Natriumhydrogencarbonat auf eine genügende Alkalität gebracht.

Das Verhältnis von N-Methyltaurin zu N-Methylditaurin in der Ausgangslösung beträgt in Äquivalenten etwa 9:1 und in der abgetrennten Mutterlauge etwa 1,9 bis 1,95:1.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von reinem N-Methyltaurin aus technischen Lösungen seines Natriumsalzes, insbesondere aus Lösungen, die aus der Umsetzung des Natriumsalzes der 2-Hydroxyäthansulfonsäure mit Monomethylamin stammen, dadurch gekennzeichnet, daß man aus diesen Lösungen den größeren Teil der Natriumionen durch Behandlung mit Kohlendioxyd als Natriumhydrogencarbonat ausfällt und abtrennt und durch Eindampfen des Filtrats das N-Methyltaurin kristallin abscheidet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Teil der bei der Filtration des kristallisierten N-Methyltaurins anfallenden Mutterlauge zurückführt und der frischen Rohlösung zusetzt.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man den aus dem Verarbeitungsprozeß abgetrennten Anteil der Mutterlauge von der Kristallisation des N-Methyltaurins allein oder in Mischung mit Natriumsalz der 2-Hydroxyäthansulfonsäure der Umsetzung mit Monomethylamin zum Natriumsalz des N-Methyltaurin wieder zuführt.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

Fließbild über die Gewinnung von reinem N-Methyltaurin

